

**MACHINE-ASSISTED TRANSLATION (MAT):**

<b>(19)【発行国】</b> 日本国特許庁 (JP)	<b>(19)[ISSUING COUNTRY]</b> Japan Patent Office (JP)
<b>(12)【公報種別】</b> 公開特許公報 (A)	<b>(12)[GAZETTE CATEGORY]</b> Laid-open Kokai Patent (A)
<b>(11)【公開番号】</b> 特開平7-56365	<b>(11)[KOKAI NUMBER]</b> Unexamined Japanese Patent Heisei 7-56365
<b>(43)【公開日】</b> 平成7年(1995)3月3日	<b>(43)[DATE OF FIRST PUBLICATION]</b> March 3, Heisei 7 (1995. 3.3)
<b>(54)【発明の名称】</b> 電子写真用感光体用電荷輸送材料の精製法	<b>(54)[TITLE of the Invention]</b> Purification method of the charge-transport material for electrophotographic photoreceptors
<b>(51)【国際特許分類第6版】</b> G03G 5/06 311 9221-2H C07B 63/04 7419-4H	<b>(51)[IPC Int. Cl. 6]</b> G03G 5/06 311 9221-2H C07B 63/04 7419-4H
<b>【審査請求】</b> 未請求	<b>[REQUEST FOR EXAMINATION]</b> No
<b>【請求項の数】</b> 2	<b>[NUMBER OF CLAIMS]</b> 2
<b>【出願形態】</b> OL	<b>[FORM of APPLICATION]</b> Electronic
<b>【全頁数】</b> 5	<b>[NUMBER OF PAGES]</b> 5
<b>(21)【出願番号】</b> 特願平5-198502	<b>(21)[APPLICATION NUMBER]</b> Japanese Patent Application Heisei 5-198502

**(22)【出願日】**

平成5年(1993)8月10日

**(22)[DATE OF FILING]**

August 10, Heisei 5 (1993. 8.10)

**(71)【出願人】****(71)[PATENTEE/ASSIGNEE]****【識別番号】**

000005968

**[ID CODE]**

000005968

**【氏名又は名称】**

三菱化学株式会社

**[NAME OR APPELLATION]**

Mitsubishi-Chemical K.K.

**【住所又は居所】**東京都千代田区丸の内二丁目5  
番2号**[ADDRESS or DOMICILE]****(72)【発明者】****(72)[INVENTOR]****【氏名】**

村山 徹郎

**[NAME OR APPELLATION]**

Murayama Tetsuro

**【住所又は居所】**神奈川県横浜市緑区鴨志田町1  
000番地 三菱化成株式会社総  
合研究所内**[ADDRESS or DOMICILE]****(72)【発明者】****(72)[INVENTOR]****【氏名】**

加藤 美明

**[NAME OR APPELLATION]**

Kato Yoshiaki

**【住所又は居所】**神奈川県横浜市緑区鴨志田町1  
000番地 三菱化成株式会社総  
合研究所内**[ADDRESS or DOMICILE]**

(74)【代理人】

(74)[AGENT]

【弁理士】

[PATENT ATTORNEY]

【氏名又は名称】

[NAME OR APPELLATION]

長谷川 暁司

Hasegawa Jyoji

(57)【要約】

(57)[ABSTRACT of the Disclosure]

【目的】

[PURPOSE]

電荷輸送材料を量産でき、しかも電気特性の満足できる精製法を提供する。

The purification method with which charge-transport material can be mass-produced and it can moreover be satisfied of an electrical property is provided.

【構成】

[CONSTITUTION]

電子写真用感光体用電荷輸送材料又はその原料を有機溶剤中に溶解させ、該溶液を活性白土と接触させることを特徴とする電子写真用感光体用電荷輸送材料の精製法。

The purification method of the charge-transport material for electrophotographic photoreceptors characterized by the above-mentioned which melts the charge-transport material for electrophotographic photoreceptors, or its raw material into the organic solvent, and contacts this solution with an activated clay.

【特許請求の範囲】

[CLAIMS]

【請求項1】

[CLAIM 1]

電子写真用感光体用の電荷輸送材料又はその原料を有機溶剤中に溶解させ、該溶液を活性白土と接触させることを特徴とする電子写真用感光体用電荷輸送材料の精製法。

A purification method of the charge-transport material for electrophotographic photoreceptors, in which the charge-transport material for electrophotographic photoreceptors or its raw material is melted into the organic solvent, and this solution is contacted with an activated clay.

**【請求項2】**

請求項1記載の溶液を更に活性炭と接触させることを特徴とする電子写真用感光体用電荷輸送材料の精製法。

**[CLAIM 2]**

A purification method of the charge-transport material for electrophotographic photoreceptors, in which the solution of Claim 1 is further contacted with activated carbon.

**【発明の詳細な説明】****[DETAILED DESCRIPTION of the INVENTION]****【0001】****[0001]****【産業上の利用分野】**

本発明は、電子写真感光体の電荷輸送材料(以下「CTM」と略称する)又はその原料を精製する方法に関するものである。

**[INDUSTRIAL APPLICATION]**

This invention relates to the method of purifying the charge-transport material ("CTM" being called roughly below) of an electrophotographic sensitive body, or its raw material.

**【0002】****[0002]****【従来の技術と発明が解決しようとする課題】**

CTMとして用いる物質は高い純度が要求される、すなわち電子写真感光体として用いる場合種々の性能を要求されるが、通常、製造したままの粗製品では全くその性能を充たすことが出来ず、精製工程が必須であった。そのため、従来種々の溶剤による懸濁洗浄又は昇華、カラム等により精製を行ってきた。しかしこれらの方法では精製収率が低い、又は工業的には操作的に難点があり量産化には種々問題があった。さらにこれらの方法で高純度のものが得ら

**[PRIOR ART and PROBLEM to be solved]**

High purity is required, that is, when using as an electrophotographic sensitive body, various capability is required of the matter used as CTM.

However, the capability could not usually be filled with the manufactured crude material at all, but the purification process was indispensable.

Therefore, suspension washing by various solvent or the sublimation, the column, etc. have purified conventionally.

However, by these methods, a purification yield is low, or there was a difficulty on operation industrially and there were various problems in mass producing.

れても、電子写真として要求される電気特性は満足できない場合がしばしばあった。さらに、脱色、脱臭のためによく用いられる活性炭処理も粗製品の脱色には効果があるが、電気特性を満足させるだけの精製を十分におこなうことはできなかった。そこで、電子写真用として量産に対応でき性能的にも問題ない精製法の開発が強く望まれていた。

Even if a high purity was further obtained by these methods, the electrical property required as electrophotography often had the case of being unable to be satisfied.

Furthermore, also in the activated carbon treatment used well because of decoloring and deodorizing, there is an effect in decoloring of a crude material.

However, it was not only fully able to purify satisfying an electrical property.

Then, it could respond to mass production as an object for electrophotography, and, also efficiently, development of a satisfactory purification method was desired strongly.

**[0003]****【課題を解決するための手段】**

本発明者らは、CTMを量産化できる手法で、電気特性の満足できる方法につき鋭意検討を重ねた結果、粗製CTMを適当なる有機溶剤に溶かした後、活性白土で処理することですぐれた電気特性を示すことを見出し、本発明に到達した。又、その処理に活性炭処理を併用することも好ましいことを見出した。

**[0003]****[MEANS to solve the Problem]**

The present inventors was the approach of the ability to fertilize CTM, took lessons from the method for an electrical property to be satisfying, and examined repeatedly earnestly. As a result, it finds out showing the electrical property excellent in treating by an activated clay, after dissolving crude CTMM to the suitable organic solvent, this invention was reached.

Moreover, using activated carbon treatment together to the treatment also discovered the desirable thing.

**[0004]**

即ち、本発明の要旨は、電子写真感光体用電荷輸送材料又はその原料(以下、「CTM等」と略称する)を有機溶剤中に溶解させ、

**[0004]**

That is, the summary of this invention melts the charge-transport material for electrophotographic sensitive bodies, or its raw material ("CTM" etc. is called roughly hereafter)

該溶液を活性白土と接触させることを特徴とする精製法に存する。以下、本発明を詳細に説明する。本発明に用いられる有機溶剤はCTM等を溶かすものであれば特に制限はなく、例えば炭化水素類、アルコール類、エステル類、エーテル類、アルデヒド類、ケトン類、芳香族アミン、芳香族ニトロ化合物、芳香族ハロゲン化物、酸アミド類、アルキルスルホキシド類、N-アルキルラクタム類、ニトリル類、ラクトン類等いずれも使用可能である。

**[0005]**

有機溶剤の使用量は任意に選択できるが、好ましくはCTM等に対し2～30倍量の範囲である。又処理温度は通常20～200℃、好ましくは20～60℃の範囲である。本発明により精製し得るCTM等としては、電子の輸送担体である電子吸引性化合物および、正孔の輸送担体である電子供与性化合物並びにこれらの合成原料が挙げられる。

**[0006]**

電子吸引性化合物としては、ジフェノキノン、ナフトキノン、アントラキノン、フルオレノン等の芳香族カルボニル化合物が挙げられる。電子供与性化合物としては、イオ

into the organic solvent.

This solution is contacted with an activated clay. It consists in the purification method characterized by the above-mentioned.

Hereafter, this invention is demonstrated in detail.

If the organic solvent used for this invention dissolves CTM etc., there is no limit in particular, for example, hydrocarbons, alcohol, ester, ether, aldehydes, ketones, an aromatic amine, a nitroaromatic, aromatic halide, acid amides, alkyl sulfoxides, N-alkyl lactam, nitriles, and lactones can use all.

**[0005]**

The amount of the organic solvent used can be chosen as desired.

However, preferably it is the two to 30 time range of amount to CTM etc.

Moreover, treatment temperature is usually 20 - 200 degrees C, preferably it is the range of 20 - 60 degrees C.

As CTM which can be purified by this invention, the electron-withdrawing compound which is an electronic transportation support, the electron donating compounds which are the transportation supports of a positive hole, and these synthetic raw materials are mentioned.

**[0006]**

As an electron-withdrawing compound, aromatic carbonyl compounds, such as a di-phenoquinone, a naphthoquinone, an anthraquinone, and fluorenone, are mentioned.

As an electron donating compound, a



ン化ポテンシャルの低い化合物が好ましく、特に分子内に1個以上の窒素原子を有する化合物が好適である。窒素原子の形態としては、ジエチルアミノ基、ジフェニルアミノ基等の芳香環に置換したアミノ基、複素環化合物、あるいは、置換ヒドラゾン化合物やヒドラジン化合物が好ましい。

compound with low ionization potential is desirable, the compound which has an in the molecule one or more nitrogen atom in particular is suitable.

As a form of a nitrogen atom, it is the amino group and heterocyclic compound which were replaced by aromatic rings, such as a diethylamino group and a diphenyl amino group, or a displacement hydrazone compound and a hydrazine compound are desirable.

#### 【0007】

複素環の例としては、カルバゾール、インドール、ピラゾール、ピラゾリン、オキサゾール、ピロール、オキサジアゾール、チアゾール、ピペラジン、等が挙げられる。これらの電荷輸送材料の内、特に、分子内に窒素原子を含む電子供与性化合物が好ましい。

#### 【0007】

As a heterocyclic example, carbazole, indole, a pyrazole, a pyrazoline, an oxazole, a pyrrole, oxadiazole, a thiazole, piperazine, etc. are mentioned.

The electron donating compound which contains a nitrogen atom in the molecule in particular among such charge-transport material is desirable.

#### 【0008】

##### 【表1】

これらの例として以下の特許の各公報に記載の化合物が挙げられる。

・特開昭56-123544	・特開
昭54-150128	
・特公昭52-4188	・特
公昭58-32372	
・特公昭45-555	・
特開昭58-198043	
・特公昭55-42380	・特
開平 2-190864	

#### 【0008】

##### 【TABLE 1】

The compound of a description is mentioned to each gazette of the following patents as these examples.

* Unexamined-Japanese-Patent	Showa
54-150128* Unexamined-Japanese-Patent No.	
54-150128	
* Patent Publication	Showa 58-32372*
Japanese Patent Publication No. 58-32372	
* Patent Publication	Showa 58-198043*
Unexamined-Japanese-Patent No. 58-198043	
* Patent Publication	Showa 2-190864*
Unexamined-Japanese Patent	2-190864

**【0009】**

CTM等を活性白土と接触させる（以下活性白土処理とも称する）方法としては、粗CTM等を有機溶剤に溶かし、該溶液中に活性白土を加え、適当なる時間（通常10分～2時間）攪拌（場合により浸漬したままでも良い）した後濾過し、濾液に貧溶媒を加えて結晶を濾別するか、濾液を濃縮、乾固して精製CTM等を得る方法が1方法として挙げられる。なお、この場合の処理は一回で目的を達成できる場合もあるが、不十分なる場合は同一操作を2回以上繰り返すことで目的を達成でき、多量の活性白土を用いて一回行うより少量の白土で2回以上繰り返す方が効果的である。

**【0010】**

上記以外の方法として、活性白土をカラムに充填しておき、ここに粗CTM等の有機溶剤を流し、処理液を上記方法と同様に処理して精製CTMを得ることも可能で、目的に応じ選択できる。又、更に活性炭処理と接触させる方法としては、活性白土の代りに活性炭をCTM等の溶液に加え、活性白土処理と同様の処理を行なう。活性炭処理と、活性白土処理は交互に行なうのが効果的であり、好ま

**【0009】**

As the method of making it contact CTM etc. with an activated clay (it also being called active clay treatment below)

Rough CTM etc. is dissolved to the organic solvent and an activated clay is added into this solution, it filters, after suitable carrying out time (normal 10-minute-2 hours) churning (it is possible by the case immerse), a poor solvent is added to a filtrate, crystallization is separated by filtration, or it concentrates, the dryness of the filtrate is carried out, and Purification CTMM etc. is obtained.

This method is mentioned as one method.

In addition, the treatment in this case may be able to attain the objective in one time.

However, it is more effective to repeat twice or more by a small amount of clay rather than can attain the objective by repeating the same operation twice or more when inadequate, and to carry out once using a lot of activated claes.

**【0010】**

As methods other than the above, the column is filled with the activated clay and organic solvents, such as rough CTM, are passed here, it is also possible to treat a treating liquid like the above-mentioned method, and to obtain Purification CTMM, and it can be chosen according to the objective.

Furthermore, as activated carbon treatment and the method of contacting, activated carbon is added to solutions, such as CTM, instead of an activated clay, and treatment similar to active clay treatment is performed.

しい。尚、活性炭と活性白土を同時に溶液と接触させることも良い。

As for activated carbon treatment and active clay treatment, it is effective to carry out alternately.

It is desirable.

In addition, it is also well to contact activated carbon and an activated clay with a solution simultaneously.

**【0011】**

活性白土は特に電子供与性CTMの精製に効果があるが、その理由としては、活性白土は一般的に酸性物質を含むため芳香族アミンなどの電子供与性化合物由来の不純物を吸着しやすいことがあげられ、さらにそれらの不純物を化学的に変化させ、吸着しやすくする効果もあると考えられる。

**【0011】**

In particular an activated clay has an effect in purification of electron donating CTM.

However, as the reason, since an activated clay generally contains the acid, it mentions that it is easy to absorb the impurity derived from electron donating compounds, such as an aromatic amine, those impurities are further changed chemically.

It is thought that there is an effect which make it easy to absorb.

**【0012】****【発明の効果】**

以上詳述した如く、本発明は電子写真感光体に用いるCTM等を精製する方法を提供するものであり、すぐれた精製効果が得られるので電子写真感光体として非常に良好な性能が再現性良く得られる。又操作が簡単なので工業的規模での製造にも極めて有利である。

**【0012】****【ADVANTAGE of the Invention】**

As explained in full detail above, this invention provides the method of purifying CTM used for an electrophotographic sensitive body.

Since the outstanding purification effect is acquired, a capability very favorable as an electrophotographic sensitive body is obtained with sufficient reproducibility.

Moreover, since operation is simple, it is very advantageous also to manufacture by an industrial scale.

**【0013】****【0013】**

**【実施例】**

以下実施例により本発明を更に具体的に説明するが、本発明はその要旨を超えない限り以下の実施例によって限定されるものではない。

**【0014】****実施例1**

1-ピレンカルボキシアルデヒドとN, N-ジフェニルヒドラジンとを縮合させたヒドラゾン化合物である1-ピレンカルボキシアルデヒド-N, N-ジフェニルヒドラゾン粗製物100gを60℃でトルエン200mlに溶解させ、活性炭3gを加え30分間、60℃で攪拌させた。処理液を濾過し、濾液に活性白土10gを加えて60℃で30分間攪拌させ濾過した。この活性炭、活性白土処理をさらに1回繰り返した後処理液にメタノールを加え、結晶を析出させて濾過、乾燥し上記ヒドラゾン化合物の精製品85gを得た。該ヒドラゾン化合物70部と下記に示すポリカーボネート樹脂

**[EXAMPLES]**

An Example still more specifically demonstrates this invention below.

However, this invention is not limited by the following Examples unless the summary is exceeded.

**[0014]****Example 1**

100g of 1-pyrene carboxy aldehyde -N,N-diphenyl hydrazone crude substances which condensed 1-pyrene carboxy aldehyde and the N,N-diphenyl hydrazine and which are a hydrazone compound is melted in toluene 200 ml at 60 degrees C.

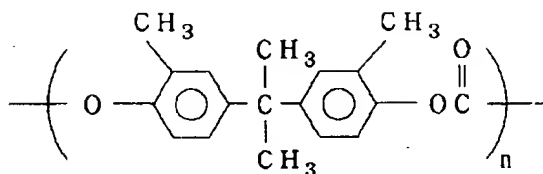
3g of activated carbon was added and it was made to stir at 60 degrees C for 30 minutes.

A treating liquid is filtered, 10g of activated claiies was added to the filtrate, and at 60 degrees C, it was made to stir for 30 minutes and filtered.

Methanol is added to this activated carbon and the post-processing liquid which further repeated active clay treatment once, crystallization was precipitated, it filtered and dried and 85g of refined materials of the above-mentioned hydrazone compound was obtained.

Polycarbonate resin shown to this hydrazone compound 70 section and following

**【0015】****【化1】****[0015]****[FORMULA 1]**



## 【0016】

100部をテトラヒドロフラン900部に溶解して得た塗布液を以下のようにして調製した電荷発生層の上に塗布、乾燥し、膜厚17 $\mu$ mの電荷移動層を形成させた。下記構造式で表わされるナフタル酸系ビスアゾ顔料1.0部とポリビニルブチラール(電気化学工業(株)社製、商品名ポリビニルブチラール#6000)0.5部を30部の4-メトキシ-4-メチルペンタノン-2(三菱化成(株)社製)中で、分散微粒子化処理を行った。

## 【0016】

It applies and dries on the charge generating layer which prepared as follows the applied liquid which melted in 900 parts of tetrahydrofuran and obtained 100 parts of this, the charge transferring layer with a film thickness of 17 micrometer was formed.

1.0 parts of naphthalic-acid group bisazo pigments and 0.5 parts of polyvinyl butyral (Denki-Kagaku-Kogyo company make, brand-name polyvinyl butyral #6000) which are expressed with following Structural formula

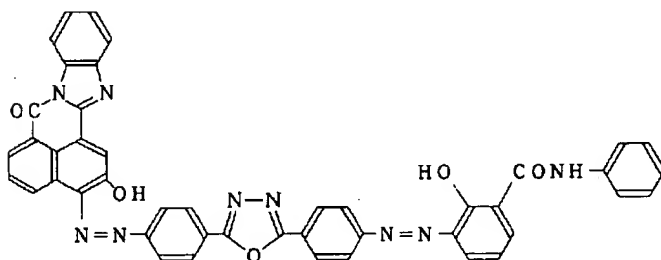
About this, dispersed-particle-ized treatment was performed in,4-methoxy- 4-methyl pentanone -2 (made by Mitsubishi Chemical Corp.) of 30 parts.

## 【0017】

## 【0017】

## 【化2】

## 【FORMULA 2】



**【0018】**

この分散液を100  $\mu$ mの膜厚のポリエステルフィルムに蒸着されたアルミ蒸着層の上に乾燥して電荷発生層を形成した。このようにして得た2層からなる感光層を有する電子写真感光体について感度すなわち半減露光量を測定したところ0.75 lux $\cdot$ secであった。なお、上記活性炭、活性白土処理を1回行った場合の半減露光量は3.25 lux $\cdot$ secであった。半減露光量はまず、感光体を暗所で-4.8kVのコロナ放電により帯電させ、次いで白色光の光で露光し、表面電位が500Vから250Vまで減衰するのに要する露光量を測定することにより求めた。

**【0019】**

## 比較例1

実施例1で用いた精製ヒドラゾン化合物の代りに粗製品をトルエンに溶解後メタノールで晶析することを2回繰り返して精製したヒドラゾン化合物を用いて実施例1と同様に2層からなる感光層を有する電子写真感光体について感度す

**【0018】**

This dispersion was dried on the aluminum vapor deposition layer which the polyester film with a film thickness of 100 micrometer vapor-deposited, and the charge generating layer was formed.

Thus, it was 0.75 lux $\cdot$ sec when sensitivity, i.e., half exposure, was measured about the electrophotographic sensitive body which has the photosensitive layer which is made of two obtained layers.

In addition, the half exposure at the time of performing the above-mentioned activated carbon and active clay treatment once was 3.25 lux $\cdot$ sec.

Half exposure charges a light-sensitive body by a -4.8kV corona discharge first in a dark place. Subsequently, it exposes with the light of white light, it calculated by measuring the exposure taken for surface potential to attenuate from 500V to 250V.

**【0019】**

## Comparative Example 1

It was 15.3 lux $\cdot$ sec when sensitivity, i.e., half exposure, was measured about the electrophotographic sensitive body which has the photosensitive layer which is made of two layers like Example 1 using the hydrazone compound which repeated twice and was purified in crystallizing a crude material with the

なわち半減露光量を測定したところ15.3 lux・secであった。上記の通り、単にトルエンに溶解しメタノールで再結晶させたものは活性炭、活性白土を使用したものに比べ感度が不良で、活性炭、活性白土が精製効果に大きく寄与していることは明白である。

**【0020】****比較例2**

実施例1で用いた精製ヒドラゾン化合物の代りに粗製品100gを60°Cでトルエン200mlに溶解させ、活性炭3gを加え30分間、60°Cで攪拌させ、処理液を濾過した。この操作を4回繰り返した後処理液にメタノールを加え、実施例1と同様の操作で得た精製ヒドラゾン化合物を用いて実施例1と同様に2層からなる感光体を有する電子写真感光体について感度すなわち、半減露光量を測定したところ、17.4 lux・secであった。上記の通り、活性白土を併用せず、従来より知られている活性炭のみで処理したものは活性白土を併用したものに比べ感度が不良で、活性白土の効果は顕著である。

methanol after melting in toluene instead of the purification hydrazone compound used in Example 1.

As above-mentioned, that which only melted in toluene and was recrystallized with methanol has unsatisfactory sensitivity compared with what used activated carbon and an activated clay, and it is clear that activated carbon and an activated clay contribute to the purification effect greatly.

**【0020】****Comparative Example 2**

100g of crude materials is melted in toluene 200 ml at 60 degrees C instead of the purification hydrazone compound used in Example 1.

3g of activated carbon is added and it is made to stir at 60 degrees C for 30 minutes.

The treating liquid was filtered.

It was 17.4 lux\*sec when sensitivity, i.e., half exposure, was measured about the electrophotographic sensitive body which has the light-sensitive body which is made of two layers like Example 1 using the purification hydrazone compound which added methanol to the post-processing liquid which repeated this operation 4 times, and was obtained by the operation similar to Example 1.

As above-mentioned, what was treated only by the activated carbon which does not use an activated clay together but is known conventionally has unsatisfactory sensitivity compared with what used the activated clay together, and the effect of an activated clay is remarkable.

**[0021]**

## 実施例2

トリフェニルアミン化合物であるビス- (N, N-ジフェニル) -ベンジルエーテルをトルエンを溶剤に用いてシリカゲルを担体としたカラムで精製した。次いでこれを20倍量のメチルエチルケトンに溶解し、0.1倍量の活性白土を加え25~30℃で30分攪拌後、濾過し、濾液を濃縮、乾固して精製品を得た。該トリフェニルアミン化合物を実施例1で用いたヒドラゾン化合物の代りに用い実施例1と同様に感光体を形成し半減露光量を測定したところ0.83 lux·secであった。

**[0022]**

## 比較例3

実施例2で用いた活性白土精製トリフェニルアミン化合物の代りに、シリカゲルを担体としたカラム精製のみで精製したトリフェニルアミン化合物を実施例2と同様に感光体となし半減露光量を測定したところ、9.7 lux·secであった。上記の通り、カラム精製したものを活性白土で処理することで感度は大きく向上し、CTMの精製に活性白土は非常に有効である。以上の通り、CTMを活性白土で処理することはCTMの精製に非常に効果的であることが認められる。なお、この処法は最終のCT

**[0021]**

## Example 2

It purified in the column which used toluene for the solvent for the bis- (N,N-diphenyl)-benzyl ether which is a triphenylamine compound, and made the silica gel the support.

Subsequently, this is melted in amount of methyl ethyl ketone 20 times, amount of an activated clay is added 0.1 times, and it filters after 30-minute churning at 25 - 30 degrees C, it concentrated, the dryness of the filtrate was carried out, and the refined material was obtained.

It was 0.83 lux·sec, when this triphenylamine compound was used instead of the hydrazone compound used in Example 1, the light-sensitive body was formed like Example 1 and half exposure was measured.

**[0022]**

## Comparative Example 3

It was 9.7 lux·sec when a light-sensitive body and nothing half exposure were measured for the triphenylamine compound which purified the silica gel only by the column purification made into the support instead of the active clay-refining triphenylamine compound used in Example 2 like Example 2.

Sensitivity is greatly improved by treating by an activated clay what carried out column purification as above-mentioned, the activated clay is very effective in purification of CTM.

It is admitted that it is very effective for purification of CTM to treat CTM by an activated clay as mentioned above.

In addition, this place method is very effective in

M処理に極めて有効であるが、CTMを製造する際の原料と同様に処理する際にも有効である。つまり原料の段階で活性白土処理あるいは活性炭との併用処理をほどこしておくことにより、CTMでの精製回数を減少できる等間接的な精製として極めて有効である。

the final CTM treatment.

However, it is effective also when treating like the raw material at the time of manufacturing CTM.

By in other words performing active clay treatment or combined use treatment with activated carbon in the phase of a raw material, the number of times of purification in CTM can be reduced.

It is very effective as indirect purification.

**【0023】****実施例3**

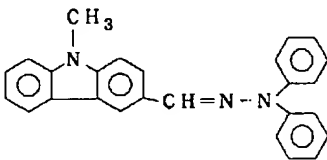
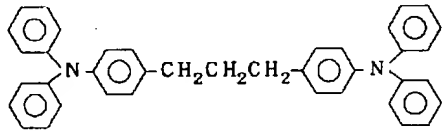
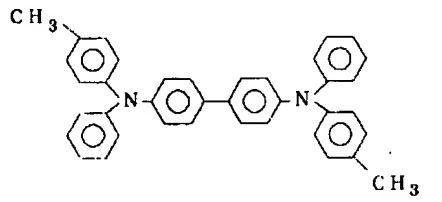
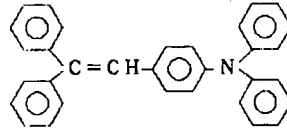
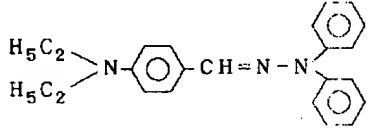
実施例1に準じた方法でCTMを精製して感光体を作成し感度を測定した結果を表-1に示した。

**[0023]****Example 3**

The result of having purified CTM by the method according to Example 1, having made the light-sensitive body, and having measured sensitivity was shown to Table -1.

**【0024】****【表2】****[0024]****[TABLE 2]**

表 - 1

実施例	C T M	半減露光量 (lox・sec)
3-1		1. 2 2
3-2		0. 9 1
3-3		0. 8 9
3-4		1. 1 1
3-5		1. 2 4

Example

Half exposure

【0025】

【0025】

【表3】

【TABLE 3】

表 - 1 (つづき)

実施例	C T M	半減露光量 (lox · sec)
3 - 6	 <chem>CCN(CC)c1ccc(cc1)C(=O)c2ccc(cc2)N(CC)CC</chem>	1 2 . 5 0
3 - 7	 <chem>CCN(CC)c1ccc(cc1)C(=O)c2ccc(cc2)N(CC)CC</chem>	1 2 . 4 3

Example

Half exposure



## DERWENT TERMS AND CONDITIONS

*Derwent shall not in any circumstances be liable or responsible for the completeness or accuracy of any Derwent translation and will not be liable for any direct, indirect, consequential or economic loss or loss of profit resulting directly or indirectly from the use of any translation by any customer.*

Derwent Information Ltd. is part of The Thomson Corporation

Please visit our home page:

["WWW.DERWENT.CO.UK"](http://WWW.DERWENT.CO.UK) (English)

["WWW.DERWENT.CO.JP"](http://WWW.DERWENT.CO.JP) (Japanese)

**MACHINE-ASSISTED TRANSLATION (MAT):**

<b>(19)【発行国】</b> 日本国特許庁 (JP)	<b>(19)[ISSUING COUNTRY]</b> Japan Patent Office (JP)
<b>(12)【公報種別】</b> 公開特許公報 (A)	<b>(12)[GAZETTE CATEGORY]</b> Laid-open Kokai Patent (A)
<b>(11)【公開番号】</b> 特開平11-84694	<b>(11)[KOKAI NUMBER]</b> Unexamined Japanese Patent Heisei 11-84694
<b>(43)【公開日】</b> 平成11年(1999)3月26日	<b>(43)[DATE OF FIRST PUBLICATION]</b> March 26, Heisei 11 (1999. 3.26)
<b>(54)【発明の名称】</b> 電子写真感光体用電荷輸送材料 の精製法	<b>(54)[TITLE of the Invention]</b> Purification method of charge-transport material for electrophotographic sensitive bodies
<b>(51)【国際特許分類第6版】</b> G03G 5/06 311 C07B 63/04	<b>(51)[IPC Int. Cl. 6]</b> G03G 5/06 311 C07B 63/04
<b>【FI】</b> G03G 5/06 311 C07B 63/04	<b>【FI】</b> G03G 5/06 311 C07B 63/04
<b>【審査請求】</b> 未請求	<b>[REQUEST FOR EXAMINATION]</b> No
<b>【請求項の数】</b> 2	<b>[NUMBER OF CLAIMS]</b> 2
<b>【出願形態】</b> OL	<b>[FORM of APPLICATION]</b> Electronic
<b>【全頁数】</b> 4	<b>[NUMBER OF PAGES]</b> 4

(21)【出願番号】

特願平9-243604

(21)[APPLICATION NUMBER]

Japanese Patent Application Heisei 9-243604

(22)【出願日】

平成9年(1997)9月9日

(22)[DATE OF FILING]

September 9, Heisei 9 (1997. 9.9)

(71)【出願人】

(71)[PATENTEE/ASSIGNEE]

【識別番号】

000005968

[ID CODE]

000005968

【氏名又は名称】

三菱化学株式会社

[NAME OR APPELLATION]

Mitsubishi-Chemical K.K.

【住所又は居所】

東京都千代田区丸の内二丁目5  
番2号

[ADDRESS or DOMICILE]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】

清水 宏▲祐▼

[NAME OR APPELLATION]

Simizu Hiroyuki

【住所又は居所】

茨城県鹿島郡神栖町東和田17  
-1 三菱化学株式会社鹿島事  
業所内

[ADDRESS or DOMICILE]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】

重本 滋

[NAME OR APPELLATION]

Shigemoto Sigeru

【住所又は居所】

茨城県鹿島郡神栖町東和田17  
-1 三菱化学株式会社鹿島事

[ADDRESS or DOMICILE]

業所内

(74)【代理人】

(74)[AGENT]

【弁理士】

[PATENT ATTORNEY]

【氏名又は名称】

[NAME OR APPELLATION]

長谷川 暁司

Hasegawa Jyoji

(57)【要約】

(57)[ABSTRACT of the Disclosure]

【課題】

[SUBJECT of the Invention]

優れた特性の電子写真感光体用電荷輸送材料を与える精製法を提供する。

The purification method which gives the charge-transport material for electrophotographic sensitive bodies of the outstanding property is provided.

【解決手段】

[PROBLEM to be solved]

電荷輸送材料を有機溶媒に溶解し、これに含水率が1重量%以下の活性白土を加えて懸濁したのち濾過する。

Charge-transport material is dissolved in an organic solvent, and after water content adds and suspends in this the activated clay which is 1 weight% or less, it filters.

【特許請求の範囲】

[CLAIMS]

【請求項1】

[CLAIM 1]

電子写真感光体用の電荷輸送材料を有機溶媒に溶解させ、この溶液を含水率1重量%以下の活性白土と接触させることを特徴とする電子写真感光体用電荷輸送材料の精製法。

A purification method of the charge-transport material for electrophotographic sensitive bodies, in which the charge-transport material for electrophotographic sensitive bodies is dissolved in an organic solvent.

This solution is contacted with an activated clay with a water content of 1 weight% or less.

【請求項2】

[CLAIM 2]

電子写真感光体用の電荷輸送材料を有機溶媒に溶解させ、この溶液を含水率1重量%以下の活性白土及び活性炭と接触させることを特徴とする電子写真感光体用電荷輸送材料の精製法。

A purification method of the charge-transport material for electrophotographic sensitive bodies, in which the charge-transport material for electrophotographic sensitive bodies is dissolved in an organic solvent.

This solution is contacted with an activated clay with a water content of 1 weight% or less and the activated charcoal.

**【発明の詳細な説明】****[DETAILED DESCRIPTION of the INVENTION]****[0001]****[0001]****【発明の属する技術分野】****[TECHNICAL FIELD of the Invention]**

本発明は電子写真感光体の電荷輸送材料(以下「CTM」と略称する)を精製する方法に関するものである。

This invention relates to the method of purifying the charge-transport material ("CTM" being called roughly below) of an electrophotographic sensitive body.

**[0002]****[0002]****【従来技術】****[PRIOR ART]**

CTMとして用いる物質は高い純度が要求されるので、溶媒による洗浄、昇華、カラム処理など種々の方法により精製して用いられている。しかし、高純度であれば電子写真感光体の電荷輸送材料として特性が優れているとは必ずしも言えず、不純物の電荷輸送材料としての特性に及ぼす影響については未だ解明されていない点が多い。

Purity with the expensive matter used as CTM is required.

Therefore, it purifies with various methods, such as washing by a solvent, a sublimation, and column treatment, and is used.

However, about the influence cannot necessarily say that the property is excellent as a charge-transport material of an electrophotographic sensitive body if it is a high purity, but affect the property as a charge-transport material of an impurity, there are many points of view which are not yet

clarified.

【0003】

**【発明が解決しようとする課題】**

CTMの精製法の一つとして活性白土を用いる方法がある。特開平7-56365号によれば、CTMを有機溶媒に溶解し、この溶液に活性白土を加えて攪拌したのち濾過することにより、電荷輸送材料としての特性に優れたCTMが得られることが記載されている。この方法で精製したCTMはおおむね優れた特性を示すが未だ満足すべきものではなく、更に特性を向上させることが望まれている。従って本発明は、活性白土を用いてCTMを精製する方法を改良することにより、得られるCTMの特性を更に向上させようとするものである。

【0004】

**【課題を解決するための手段】**

本発明によれば、CTMを有機溶媒に溶解させ、この溶液を含水率が1重量%以下の活性白土と接触させることにより、特性の優れたCTMを得ることができる。

【0005】

**【発明の実施の形態】**

【0003】

**【PROBLEM to be solved by the Invention】**

There is a method of using an activated clay as one of the purification methods of CTM.

According to Unexamined-Japanese-Patent No. 7-56365, CTM is dissolved in an organic solvent, it is indicated by by filtering, after adding and stirring an activated clay in this solution that CTM excellent in the property as a charge-transport material is obtained.

CTM purified by this method

Although the property which was excellent in general is shown, it is yet unsatisfying, furthermore, to improve a property is desired.

Therefore, this invention tends to improve the property of CTM obtained further by improving the method of purifying CTM using an activated clay.

【0004】

**【MEANS to solve the Problem】**

According to this invention, CTM is dissolved in an organic solvent.

When water content contacts this solution with the activated clay which is 1 weight% or less, CTM which was excellent in the property can be obtained.

【0005】

**【EMBODIMENT of the Invention】**

本発明について詳細に説明すると、本発明では含水率が1重量%以下の活性白土を用いる以外は、原則として特開平7-56365号に記載の方法に従ってCTMの精製を行うことができる。本発明は、電子の輸送担体である電子吸引性物質及び正孔の輸送担体である電子供与性物質の、いずれのCTMの精製にも適用することができる。CTMとして用いられる電子吸引性物質としては、ジフェノキノン、ナフトキノン、アントラキノン、フルオレノン等の芳香族カルボニル化合物が挙げられる。また電子供与性物質としては、イオン化ポテンシャルの低いものが好ましく、特に分子内に1個以上の窒素原子を有する化合物が好適である。窒素原子を有する化合物としては、ジエチルアミノ基、ジフェニルアミノ基などの3級アミノ基が芳香環に結合した化合物、複素環化合物、置換ヒドラゾン化合物、置換ヒドラジン化合物などが挙げられる。複素環化合物としては、カルバゾール、インドール、ピラゾール、ピラゾリン、オキサゾール、ピロール、オキサジアゾール、チアゾール、ピペラジン等や、これらの環上に種々の置換基が結合したもの、さらには分子内にこれらの環構造を含むものなどが挙げられる。

【0006】

If this invention is demonstrated in detail, according to the method of Unexamined-Japanese-Patent No. 7-56365, CTM can be purified in principle except water content using the activated clay which is 1 weight% or less in this invention.

This invention can be used to any purification of the electron-donating matter which is the transportation carrier of the electron-withdrawing matter and positive hole which are an electronic transportation carrier of CTM.

As electron-withdrawing matter used as CTM, aromatic carbonyl compounds, such as a di-phenoquinone, a naphthoquinone, an anthraquinone, and fluorenone, are mentioned.

Moreover, as electron-donating matter, what has low ionization potential is desirable, the compound which has an in the molecule one or more nitrogen atom in particular is suitable.

As a compound which has a nitrogen atom, the compound which tertiary amino groups, such as a diethylamino group and a diphenyl amino group, connected with the aromatic ring, a heterocyclic compound, a displacement hydrazone compound, a displacement hydrazine compound, etc. are mentioned.

As a heterocyclic compound, carbazole, the indole, a pyrazole, a pyrazoline, an oxazole, a pyrrole, oxadiazole, thiazole, the piperazine, etc. what the various substituent connected on these rings, the thing which contains these ring systems further in the molecule, etc. are mentioned.

【0006】

これらのCTMのうち、分子内に窒素原子を含む電子供与性のものが好ましい。本発明の精製処理の対象となるCTMの具体例としては、例えば下記の文献に記載の化合物が挙げられる。

- ・特開昭56-12354
- 4           ・特開昭54-15012
- 8
- ・特公昭52-418
- 8           ・特公昭58-32
- 372
- ・特公昭45-55
- 5           ・特開昭58-1
- 98043
- ・特公昭55-4238
- 0           ・特開平2-19086
- 4

**【0007】**

本発明では、これらのCTMを有機溶媒に溶解して活性白土による処理に供する。有機溶媒としてはCTMを溶解するものであればよく、例えば炭化水素類、アルコール類、エステル類、エーテル類、アルデヒド類、ケトン類、芳香族アミン、芳香族ニトロ化合物、芳香族ハロゲン化物、酸アミド類、アルキルスルホキシド類、N-アルキルラクタム類、ニトリル類、ラクトン類など常用の有機溶媒はいずれも使用可能である。なお、有機溶媒が水を含んでいる場合には、予め脱水して用いるのが好ましい。有機溶媒溶液中のCTMの濃

The thing of the electron donating which contains a nitrogen atom in the molecule among such CTM is desirable.

As an example of CTM used as the object of purification treatment of this invention, the compound of a description is mentioned, for example to the following reference.

- \* Unexamined-Japanese-Patent Showa 54-150128\* Unexamined-Japanese-Patent No. 54-150128
- \* Patent Publication Showa 58-32372\* Japanese Patent Publication No. 58-32372
- \* Patent Publication Showa 58-198043\* Unexamined-Japanese-Patent No. 58-198043
- \* Patent Publication Showa 2-190864\* Unexamined-Japanese-Patent No. 2-190864

**【0007】**

In this invention, such CTM is dissolved in an organic solvent and treatment by an activated clay is provided.

What is sufficient is just to dissolve CTM as an organic solvent.

For example, each organic solvent of daily use, such as hydrocarbons, alcohol, ester, ether, aldehydes, ketones, an aromatic amine, a nitroaromatic, the aromatic halide, acid amides, alkyl sulfoxides, N-alkyl lactam, nitriles, and lactone, can be used.

In addition, when the organic solvent contains water, it is desirable to dehydrate beforehand and to use.

Concentration of CTM in an organic-solvent solution is desired.

度は任意であるが、稀薄溶液とすると処理量が増大するので、通常は3～40重量%程度が好ましい。

However, if it is a thin solution, a throughput will increase.

Therefore, about 3 to 40 weight% is usually desirable.

**[0008]**

活性白土は予め脱水処理して、含水率を1重量%以下としたものを用いる。市販の活性白土の含水率は通常は10～15重量%程度であり、低水分品と称するものでも含水率5重量%以下となっている。これらの活性白土をそのまま用いてCTMの精製を行ってもそれ相当に特性の優れたものを得ることはできるが、未だ満足すべきものではない。しかるに、この市販の活性白土を脱水して含水率1重量%以下にして用いると、さらに特性の向上したものを得ることができる。

**[0008]**

The dehydration treatment of the activated clay is carried out beforehand, what made water content 1 weight% or less is used.

The water content of a commercial activated clay is usually about 10 to 15 weight%.

The low water-component item is called with the water content of 5 weight% or less.

Even if it purifies CTM, using these activated clays as it is, what was excellent in the property as it is can be obtained.

However, you should not yet carry out satisfactory.

However, if this commercial activated clay is dehydrated and it uses by making it the water content of 1 weight% or less, the thing with improved a property can further be obtained.

**[0009]**

活性白土による処理は、上述のCTMを溶解している有機溶媒溶液に活性白土を加え、攪拌して両者をよく接触させたのち濾過して両者を分離すればよい。活性白土の使用量及び接触時間は任意であるが、通常は溶液中のCTMに対し10重量%前後の活性白土を加え、10分～2時間程度攪拌すればよい。接触処理は通常の常温付近の20～60℃程度で行うが、所望ならばより高い温度又は

**[0009]**

After the treatment by an activated clay added and stirs an activated clay in the organic-solvent solution which is dissolving above-mentioned CTM and contacts both well, it is filtered, and it should just separate both.

The amount used and the contact time of an activated clay are desired.

However, what is necessary is to usually add the activated clay around 10 weight% to CTM in a solution, and just to stir 10 minutes to 2 an about hour.

Contact treatment is performed at about 20 - 60

より低い温度で行うこともできる。  
なお、活性白土による処理は反復して行ってもよい。一般に多量の活性白土を用いて1回の処理で所望の特性のCTMを得ることを目指すよりも、少量の活性白土を用いて処理を反復する方が好ましいことが多い。

degrees C near normal temperature.

However, if desired, it can also carry out at higher temperature or lower temperature.

In addition, it may perform treatment by an activated clay repeatedly.

Rather than aiming at obtaining CTM of a desired property by one treatment using a lot of activated clays generally

It is more desirable to repeat treatment using a small amount of activated clay.

**[0010]**

本発明の好ましい一態様では、活性白土による処理に加えて活性炭による処理を行う。これにより更に優れた特性のCTMを得ることができる。活性炭処理は活性白土による処理の前後いずれで行ってもよく、活性白土処理と活性炭処理とを反復してもよい。活性炭処理も20～60℃程度の温度で10分～2時間程度攪拌すればよい。活性白土処理を経たCTMの有機溶液からは、濃縮や貧溶媒の添加など、常用の適宜の手段でCTMを晶出させて単離する。

**[0010]**

In addition to treatment by an activated clay, treatment by the activated charcoal is performed in one desirable aspect of this invention.

CTM of a property which was further excellent by this can be obtained.

Activated carbon treatment may be performed by any before and after treatment by an activated clay, and may repeat active clay treatment and activated carbon treatment.

What is sufficient is just to also stir activated carbon treatment 10 minutes to 2 an about hour at the temperature of about 20 - 60 degrees C.

From the organic solution of CTM which passed through active clay treatment, with proper means in ordinary use, concentration, addition of a poor solvent, etc. crystallize CTM and are isolated.

**[0011]****【実施例】**

以下、実施例により本発明を更に具体的に説明するが、本発明は

**[0011]****[EXAMPLES]**

Hereafter, an Example still more specifically demonstrates this invention.

その要旨を超えない限り以下の実施例によって限定されるものではない。なお、活性白土の含水率は、活性白土 $X_0$  gを10トル、105°Cに維持された減圧乾燥機中に12時間保持したのち、デシケーター内で冷却したときの重量 $X_1$  gから、次式により算出した。

However, this invention is not limited by the following Examples unless the summary is exceeded.

In addition, water content of an activated clay, after maintaining activated-clay  $X_0$  g for 12 hours to ten torr and the drying-under-reduced-pressure in a plane which 105 degrees C maintained, from weight  $X_1$ g when cooling within a desiccator, it computed by following Formula.

【0012】

【0012】

【数1】

[EQUATION 1]

$$\text{含水率} = \frac{(X_0 - X_1)}{X_0} \times 100 (\%)$$

Water content = ...

【0013】

【0013】

実施例1

Example 1

1-ピレンカルボキシアルデヒドとN, N-ジフェニルヒドラジンとを縮合物させて得た1-ピレンカルボキシアルデヒド-N, N-ジフェニルヒドラゾン粗製物100gを、60°Cでトルエン200mlに溶解させ、これに活性炭3gを加えて30分間、60°Cで攪拌した。濾過して活性炭を除き、濾液に含水率0.8重量%の活性白土10gを加えて、60°Cで30分間攪拌したのち

100g of 1-pyrene carboxy aldehyde -N,N-diphenyl hydrazone crude substances which were made to carry out the condensate of 1-pyrene carboxy aldehyde and the N,N-diphenyl hydrazine, and obtained them is dissolved in toluene 200 ml at 60 degrees C. 3g of activated charcoal was added to this, and it stirred at 60 degrees C for 30 minutes. It filtered, and except for the activated charcoal, 10g of activated claes of 0.8 weight% of water content was added to the filtrate, and it filtered,

濾過した。この活性炭処理及び、  
 活性白土処理をもう1回繰り返した  
 後、処理液にメタノールを加え、  
 結晶を析出させた。濾過して結晶  
 を取得し、乾燥してヒドラゾン化  
 化合物の精製品85gを得た。この  
 ヒドラゾン化合物70重量部と下記  
 に示すポリカーボネート樹脂

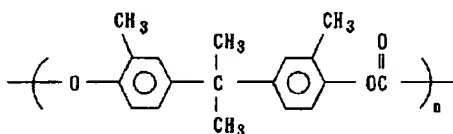
after stirring for 30 minutes at 60 degrees C.  
 After repeating this activated carbon treatment  
 and active clay treatment once again, methanol  
 was added to the processing solution and  
 crystallization was precipitated.  
 It filtered and crystallization was acquired, it  
 dried and 85g of refined materials of a  
 hydrazone compound was obtained.  
 Polycarbonate resin shown to this hydrazone  
 compound 70 weight parts and following

【0014】

【0014】

【化1】

【FORMULA 1】



【0015】

100重量部をテトラヒドロフラン90  
 0重量部に溶解して得た塗布液  
 を、基体上に塗布により形成した  
 電荷発生層の上に、乾燥、膜厚  
 が17  $\mu$ mとなるように塗布して電  
 荷移動層を形成した。なお、基体  
 としては厚さ100  $\mu$ mのポリエステル  
 フィルムにアルミニウムを蒸着し  
 たものを用了。また電荷発生層  
 は、下記構造式で表わされるナフ  
 タル酸系ビスアゾ顔料1.0重量  
 部と、ポリビニルブチラール(電気

【0015】

On the charge generating layer which formed  
 on the base the applied liquid which dissolved in  
 900 weight-parts of tetrahydrofuran, and  
 obtained these 100 weight-parts by application,  
 it dried, it applied so that film thickness might be  
 set to 17 micrometer, and the charge  
 transferring layer was formed.  
 In addition, that which vapor-deposited  
 aluminium was used for the polyester film with a  
 thickness of 100 micrometer as a base.  
 Moreover, it applied and the charge generating  
 layer formed 1.0 weight-parts of naphthalic-acid

化学工業社製、商品名ポリビニル  
ブチラール # 6000) 0.5重量部  
とを、30重量部の4-メトキシ-4  
-メチルペンタノン-2(三菱化学  
社製)中で分散微粒子化処理を  
行って得た分散液を、ナフタル酸  
系ビスアゾ顔料が0.21g/m<sup>2</sup>と  
なるように塗布して形成した。

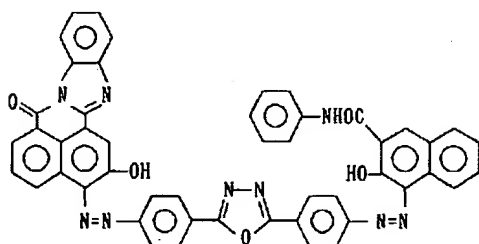
group bisazo pigments expressed with following  
Structural formula, and the dispersion which  
performed dispersed-particle-ized treatment  
and obtained 0.5 weight-parts  
(Denki-Kagaku-Kogyo company make,  
brand-name polyvinyl butyral #6000) of  
polyvinyl butyral in,30-weight-part 4-methoxy-  
4-methyl pentanone -2 (made by Mitsubishi  
Chemical Corp.) so that a naphthalic-acid group  
bisazo pigment might constitute 0.21 g /m<sup>2</sup>.

【0016】

【0016】

【化2】

【FORMULA 2】



【0017】

【0017】

このようにして製造した機能分離  
型の感光層を有する電子写真感  
光体につき、コロナ放電直後の初  
期電位、半減露光量及び残留電  
位を測定したところ、それぞれ、7  
88V、0.78lux・sec及び5Vであ  
った。なお、半減露光量は感光体  
を暗所で-4.8kVのコロナ放電  
により帯電させ、次いで白色光で

Thus, the place which measured the  
initial-stage electric potential, the half exposure,  
and the residual electric potential immediately  
after a corona discharge about the  
electrophotographic sensitive body which has  
the photosensitive layer of the manufactured  
functional discrete type, it was respectively  
788V and 5V and 0.78 lux\*sec.

In addition, half exposure charges a

露光し、表面電位が500Vから250Vまで減衰するのに要する露光量を測定することにより求めた。

light-sensitive body by a -4.8kV corona discharge in a dark place.

Subsequently, it exposed by white light and found by measuring the exposure amount taken for surface potential to attenuate from 500V to 250V.

**[0018]**

## 比較例1

実施例1において、活性白土として含水率13.5重量%のものを用いた以外は、実施例1と全く同様にして電子写真感光体を製造した。このもののコロナ放電直後の初期電位、半減露光量及び残留電位は、それぞれ731V、0.97 lux\*sec及び95Vであった。

**[0018]**

## Comparative Example 1

In Example 1, the electrophotographic sensitive body was manufactured completely like Example 1 except having used 13.5 weight% of water content as an activated clay.

The initial-stage electric potentials, the half exposure, and the residual electric potentials immediately after the corona discharge of this thing were 731V and 95V and 0.97 lux\*sec, respectively.

**[0019]**

## 比較例2

実施例1において、活性白土として市販の低水分品(含水率5重量%以下)を用いた以外は、実施例1と全く同様にして電子写真感光体を製造した。このもののコロナ放電直後の初期電位、半減露光量及び残留電位は、それぞれ749V、0.85 lux\*sec及び66Vであった。

**[0019]**

## Comparative Example 2

In Example 1, the electrophotographic sensitive body was manufactured completely like Example 1 except having used the low water-component item (water content of 5 weight% or less) commercial as an activated clay.

The initial-stage electric potentials, the half exposure, and the residual electric potentials immediately after the corona discharge of this thing were 749V and 66V and 0.85 lux\*sec, respectively.

**[0020]**

## 実施例2~6

実施例1において、1-ピレンカ

**[0020]**

## Example 2-6

In Example 1, the electrophotographic sensitive

ルボキシアルデヒド-N, N-ジフェニルヒドラゾンの代りに表1の化合物を用いた以外は、実施例1と全く同様にして電子写真感光体を製造した。この電子写真感光体のコロナ放電直後の初期電位、半減露光量及び残留電位を表1に示す。

body was manufactured completely like Example 1 except having used the compound of Table 1 instead of 1-pyrene carboxy aldehyde -N,N- diphenyl hydrazone.

The initial-stage electric potential, the half exposure, and the residual electric potential immediately after the corona discharge of this electrophotographic sensitive body are shown to Table 1.

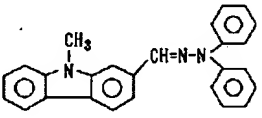
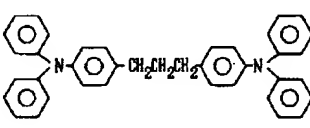
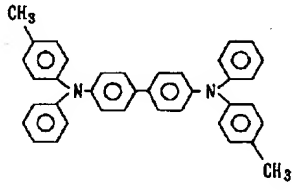
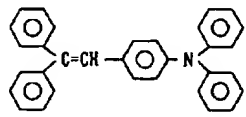
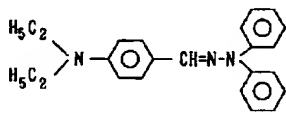
[0021]

[0021]

【表1】

[TABLE 1]

表 - 1

実施例	CTM	初期電位 (V)	半減露光量 (Lux · sec)	残留電位 (V)
2		7 0 5	1. 2 6	6 6
3		7 0 4	0. 9 3	3 6
4		7 0 9	0. 9 1	3 1
5		7 0 8	1. 1 4	5 5
6		7 4 0	1. 2 6	6 9

Example; ...; Initial-stage electric potential; Half exposure; Residual electric potential



## DERWENT TERMS AND CONDITIONS

*Derwent shall not in any circumstances be liable or responsible for the completeness or accuracy of any Derwent translation and will not be liable for any direct, indirect, consequential or economic loss or loss of profit resulting directly or indirectly from the use of any translation by any customer.*

Derwent Information Ltd. is part of The Thomson Corporation

Please visit our home page:

["WWW.DERWENT.CO.UK"](http://WWW.DERWENT.CO.UK) (English)

["WWW.DERWENT.CO.JP"](http://WWW.DERWENT.CO.JP) (Japanese)

**MACHINE-ASSISTED TRANSLATION (MAT):**

<b>(19)【発行国】</b> 日本国特許庁 (JP)	<b>(19)[ISSUING COUNTRY]</b> Japan Patent Office (JP)
<b>(12)【公報種別】</b> 公開特許公報 (A)	<b>(12)[GAZETTE CATEGORY]</b> Laid-open Kokai Patent (A)
<b>(11)【公開番号】</b> 特開平11-76763	<b>(11)[KOKAI NUMBER]</b> Unexamined Japanese Patent Heisei 11-76763
<b>(43)【公開日】</b> 平成11年(1999)3月23日	<b>(43)[DATE OF FIRST PUBLICATION]</b> March 23, Heisei 11 (1999. 3.23)
<b>(54)【発明の名称】</b> 電子写真感光体用電荷輸送材料 の精製方法	<b>(54)[TITLE of the Invention]</b> PURIFICATION METHOD OF CHARGE-TRANSPORT MATERIAL FOR ELECTROPHOTOGRAPHIC SENSITIVE BODIES
<b>(51)【国際特許分類第6版】</b> B01D 61/14 500 G03G 5/05 102 5/06 311	<b>(51)[IPC Int. Cl. 6]</b> B01D 61/14 500 G03G 5/05 102 5/06 311
<b>【FI】</b> B01D 61/14 500 G03G 5/05 102 5/06 311	<b>【FI】</b> B01D 61/14 500 G03G 5/05 102 5/06 311
<b>【審査請求】</b> 未請求	<b>[REQUEST FOR EXAMINATION]</b> No
<b>【請求項の数】</b> 2	<b>[NUMBER OF CLAIMS]</b> 2

【出願形態】 OL

[FORM of APPLICATION] Electronic

【全頁数】 5

[NUMBER OF PAGES] 5

(21)【出願番号】

特願平9-243603

(21)[APPLICATION NUMBER]

Japanese Patent Application Heisei 9-243603

(22)【出願日】

平成9年(1997)9月9日

(22)[DATE OF FILING]

September 9, Heisei 9 (1997. 9.9)

(71)【出願人】

(71)[PATENTEE/ASSIGNEE]

【識別番号】

000005968

[ID CODE]

000005968

【氏名又は名称】

三菱化学株式会社

[NAME OR APPELLATION]

Mitsubishi-Chemical K.K.

【住所又は居所】

東京都千代田区丸の内二丁目5  
番2号

[ADDRESS or DOMICILE]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】

清水 宏▲祐▼

[NAME OR APPELLATION]

Shimizu Hiroyuki

【住所又は居所】

茨城県鹿島郡神栖町東和田17  
-1 三菱化学株式会社鹿島事  
業所内

[ADDRESS or DOMICILE]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】

重本 滋

[NAME OR APPELLATION]

Shigemoto Shigeru

**【住所又は居所】**

茨城県鹿島郡神栖町東和田17  
-1 三菱化学株式会社鹿島事  
業所内

**[ADDRESS or DOMICILE]****(74)【代理人】****(74)[AGENT]****【弁理士】****[PATENT ATTORNEY]****【氏名又は名称】**

長谷川 暁司

**[NAME OR APPELLATION]**

Hasegawa Jyoji

**(57)【要約】****(57)[ABSTRACT of the Disclosure]****【課題】**

優れた特性の電子写真感光体  
用電荷輸送材料を与える精製方  
法を提供する。

**[SUBJECT of the Invention]**

The purification method which gives the  
charge-transport material for  
electrophotographic sensitive bodies of  
outstanding characteristics is provided.

**【解決手段】**

電荷輸送材料を有機溶媒に溶  
解し、得られた溶液に活性白土を  
加えて懸濁させたのち、JIS K3  
832に規定するバブルポイントの  
イソプロピルアルコールにおける  
値が90KPa以上又は水における  
値が240KPa以上のメンブランフ  
ィルターを用いて濾過する。

**[PROBLEM to be solved]**

Charge-transport material is melted in an  
organic solvent, after making the obtained  
solution add and suspend an activated clay, the  
value in the isopropyl alcohol of the bubble point  
specified to JISK3832 filters using the  
membrane filter of 90 or more (or the value in  
water 240 or more KPa) KPa.

**【特許請求の範囲】****[CLAIMS]****【請求項1】**

電子写真感光体用電荷輸送材

**[CLAIM 1]**

A method, in which in the purification method of

料を有機溶媒に溶解し、この溶液を活性白土と接触させたのち濾過する電子写真感光体用電荷輸送材料の精製方法において、濾過をJIS K3832に規定するバブルポイントのイソプロピルアルコールにおける値が90KPa以上又は水における値が240KPa以上のメンブランフィルターを用いて行うことを特徴とする方法。

**【請求項2】**

電子写真感光体用電荷輸送材料を有機溶媒に溶解し、この溶液に活性白土と接触させたのち濾過する処理と活性炭と接触させたのち濾過する処理とを施す電子写真感光体用電荷輸送材料の精製方法において、それぞれの濾過をJIS K3832に規定するバブルポイントのイソプロピルアルコールにおける値が90KPa以上又は水における値が240KPa以上のメンブランフィルターを用いて行うことを特徴とする方法。

**【発明の詳細な説明】****[0001]****【発明の属する技術分野】**

本発明は電子写真感光体の電荷輸送材料(以下「CTM」と略称す

the charge-transport material for electrophotographic sensitive bodies filtered after melting the charge-transport material for electrophotographic sensitive bodies in an organic solvent and contacting this solution with an activated clay, the value in the isopropyl alcohol of the bubble point specified to JISK3832 performs filtration using the membrane filter of 90 or more (or the value in water 240 or more KPa) KPa.

**[CLAIM 2]**

A method, in which in the purification method of the charge-transport material for electrophotographic sensitive bodies which performs treatment filtered after making it contact with the treatment and activated carbon which are filtered after melting in an organic solvent and making this solution contact the charge-transport material for electrophotographic sensitive bodies with an activated clay, the value in the isopropyl alcohol of the bubble point specified to JISK3832 performs each filtration using the membrane filter of 90 or more (or the value in water 240 or more KPa) KPa.

**[DETAILED DESCRIPTION of the INVENTION]****[0001]****[TECHNICAL FIELD of the Invention]**

This invention relates to the method of purifying the charge-transport material ("CTM" being

る)を精製する方法に関するものである。

called roughly below) of an electrophotographic sensitive body.

**[0002]****[0002]****【従来の技術】**

CTMとして用いる物質は高い純度が要求されるので、溶媒洗浄、昇華、カラム処理など、種々の方法により精製して高純度品として用いられている。しかし、高純度であれば電子写真感光体の電荷輸送材料として特性が優れているとは必ずしも言えず、微量不純物の電荷輸送材料としての特性に及ぼす影響については未だ解明されていない点が多い。

**[PRIOR ART]**

Purity with the expensive matter used as CTM is required.

Therefore, solvent washing, a sublimation, column treatment, etc. are purified with various methods, and it is used as a high-purity item.

However, about the influence cannot necessarily say that characteristics are excellent as a charge-transport material of an electrophotographic sensitive body if it is a high purity, but affect the characteristics as a charge-transport material of minute impurities, there are many points of view which are not yet clarified.

**[0003]****[0003]****【発明が解決しようとする課題】**

CTMの精製法の一つとして活性白土を用いる方法がある。特開平7-56365号によれば、CTMを有機溶媒に溶解し、この溶液に活性白土を加えて攪拌したのち濾過することにより、電荷輸送材料としての特性に優れたCTMが得られることが記載されている。この方法で精製したCTMはおおむね優れた特性を示すが未だ満足すべきものではなく、更に特性を向上させることが望まれている。従って本発明は、活性白土を用いてC

**[PROBLEM to be solved by the Invention]**

There is a method of using an activated clay as one of the purification methods of CTM.

According to Unexamined-Japanese-Patent No. 7-56365, CTM is melted in an organic solvent, it is indicated by filtering, after adding and stirring an activated clay in this solution that CTM excellent in the characteristics as a charge-transport material is obtained.

Although CTM purified by this method shows the characteristics which were excellent in general, satisfactory should not yet be carried out and to improve characteristics further is desired.

TMを精製する方法を改良することにより、得られるCTMの特性を更に向上させようとするものである。

Therefore, this invention tends to improve the characteristics of CTM obtained further by improving the method of purifying CTM using an activated clay.

**[0004]****【課題を解決するための手段】**

本発明によれば、CTMを有機溶媒に溶解させ、この溶液を活性白土と接触させたのち濾過するに際し、濾過をJIS K3832に規定するバブルポイントのイソプロピルアルコールにおける値が90KPa以上又は水における値が240KPa以上のメンブランフィルターを用いて行うことにより、特性の優れたCTMを得ることができる。

**[0004]****[MEANS to solve the Problem]**

According to this invention, CTM is melted in an organic solvent.

On the occasion of filtering, after contacting this solution with an activated clay, when the value in the isopropyl alcohol of the bubble point specified to JISK3832 performs filtration using the membrane filter of 90 or more (or the value in water 240 or more KPa) KPa, CTM which was excellent in characteristics can be obtained.

**[0005]****【発明の実施の形態】**

本発明について詳細に説明すると、本発明で精製処理の対象とするCTMは、電子の輸送担体である電子吸引性物質、及び正孔の輸送担体である電子供与性物質のいずれであってもよい。CTMとして用いる電子吸引性物質としては、ジフェノキノン、ナフトキノン、アントラキノン、フルオレノン等の芳香族カルボニル化合物が挙げられる。また電子供与性物質としては、イオン化ポテンシャルの低いものが好ましく、特に分子内に窒素原子を有する化合物が好適

**[0005]****[EMBODIMENT of the Invention]**

When this invention is demonstrated in detail, any of the electron-withdrawing matter which is an electronic transportation support, and the electron-donating matter which is the transportation support of a positive hole are sufficient as CTM made into the object of purification treatment by this invention.

As electron-withdrawing matter used as CTM, aromatic carbonyl compounds, such as a di-phenoquinone, a naphthoquinone, an anthraquinone, and fluorenone, are mentioned. Moreover, as electron-donating matter, what has low ionization potential is desirable, the compound which has a nitrogen atom in the

である。このような化合物としては、ジエチルアミノ基、ジフェニルアミノ基などの3級アミノ基が芳香環に結合した化合物、複素環化合物、置換ヒドラゾン化合物、置換ヒドラジン化合物などが挙げられる。また複素環化合物としてはカルバゾール、インドール、ピラゾール、ピラズリン、オキサゾール、ピロール、オキサジアゾール、チアゾール、ピペラジン等や、これらの環上に種々の置換基が結合したものの、さらには分子内にこれらの環構造を含むものなどが挙げられる。

**【0006】**

これらのCTMのうち、分子内に窒素原子を含む電子供与性のものが好ましい。本発明の精製処理の対象となるCTMの具体例としては、例えば下記の文献に記載のものが挙げられる。

特開昭56-123544  
 特開昭54-150128  
 特公昭52-4188  
 特公昭58-32372  
 特公昭45-555  
 特開昭58-198043  
 特公昭55-42380  
 特開平2-190864

**【0007】**

本発明では、これらのCTMを有

molecule in particular is suitable.

As such a compound, the compound which tertiary amino groups, such as a diethylamino group and a diphenyl amino group, connected with the aromatic ring, a heterocyclic compound, a displacement hydrazone compound, a displacement hydrazine compound, etc. are mentioned.

Moreover, as a heterocyclic compound, carbazole, indole, a pyrazole, a pyrazoline, an oxazole, a pyrrole, oxadiazole, a thiazole, piperazine, etc. what the various substituent connected on these rings, the thing which contains these ring systems further in the molecule, etc. are mentioned.

**【0006】**

The thing of the electron donating which contains a nitrogen atom in the molecule among such CTM is desirable.

As an example of CTM used as the object of purification treatment of this invention, a description is mentioned, for example to the following reference.

Unexamined-Japanese-Patent Showa  
 54-150128 Unexamined-Japanese-Patent No.  
 54-150128  
 58 to Patent Publication Showa32372 Japanese  
 Patent Publication No. 58-32372  
 Patent Publication Showa 58-198043  
 Unexamined-Japanese-Patent No. 58-198043  
 Patent Publication Showa 2-190864  
 Unexamined-Japanese-Patent No. 2-190864

**【0007】**

In this invention, such CTM is melted in an

機溶媒に溶解して活性白土による処理に供する。有機溶媒としてはCTMを溶解し得る任意のものを用いることができ、例えば炭化水素類、アルコール類、エステル類、エーテル類、アルデヒド類、ケトン類、芳香族アミン、芳香族ニトロ化合物、芳香族ハロゲン化物、酸アミド類、アルキルスルホキシド類、N-アルキルラクタム類、ニトリル類、ラクトン類など、常用の有機溶媒はいずれも使用することができる。有機溶媒中のCTMの濃度は任意であるが、稀薄溶液とすると処理量が増大し、かつそれに伴う利点もないので、通常は3~40重量%程度が好ましい。

**[0008]**CTMの有機溶媒溶液と活性白土との接触は、溶液に活性白土を加え、攪拌して懸濁状態とするのが好ましい。活性白土の使用量及び接触時間は任意であるが、通常は溶液中のCTMに対し10重量%前後の活性白土を加え、10分~2時間程度攪拌すればよい。溶液の温度は常温付近の20~60℃程度でよいが、所望ならば更に高い温度又は低い温度で行うこともできる。なお、活性白土による処理は反復して行ってもよい。

**[0009]**  
一般に多量の活性白土を用いて1回の処理で所望の特性のCTMを得ることを目指すよりも、少量の

organic solvent and treatment by an activated clay is provided.

The desired things which may melt CTM as an organic solvent can be used, for example, each organic solvent in ordinary use can use hydrocarbons, alcohol, ester, ether, aldehydes, ketones, an aromatic amine, a nitroaromatic, aromatic halide, acid amides, alkyl sulfoxides, N- alkyl lactam, nitriles, and lactones.

Concentration of CTM in an organic solvent is desired.

However, if it is a thin solution, a throughput will increase, and since there is also no advantage accompanied to it, about 3 to 40 weight% is usually desirable.

**[0008]**

As for a contact with the organic-solvent solution of CTM, and an activated clay, it is desirable to add and stir an activated clay in a solution and to change into a suspension state. The amount used and the contact time of an activated clay are desired.

However, what is necessary is to usually add the activated clay around 10 weight% to CTM in a solution, and just to stir 10 minutes to 2 an about hour.

The temperature of a solution is good at about 20 - 60 degrees C near normal temperature.

However, if desired, it can also carry out at still higher temperature or low temperature.

In addition, it may perform treatment by an activated clay repeatedly.

**[0009]**

活性白土を加えて懸濁させたのち濾過し、濾液に再び少量の活性白土を加えて懸濁させることを反復する方が好ましい。なお、上述のように懸濁と濾過とを反復する場合には、最後の濾過を上記のメンブランフィルターを用いて行えば、途中における濾過は他のフィルターを用いて行ってもよい。本発明では活性白土とCTMの有機溶媒溶液との分離を、JIS K3832に規定されるバブルポイントのイソプロピルアルコールにおける値が90KPa以上又は水における値が240KPa以上のメンブランフィルターを用いて行う。

**[0010]**

本発明において上記のフィルターを用いると何故優れた特性を有するCTMが得られるのかは不明であるが、活性白土を含め溶液中の固体不純物が極限まで除去されることが寄与しているものと考えられる。すなわち従来の活性白土処理が必ずしも満足すべき特性のCTMを与えなかったのは、濾過の際に活性白土などの固形物が微量目漏れして、活性白土処理が本来の効果を発現するのを阻害していたものと考えられる。これに対し本発明では、バブルポイントのイソプロピルアルコールに

Generally, rather than aiming at obtaining CTM of desired characteristics by one treatment using a lot of activated clays, it is more desirable to repeat to filter, after adding and suspending a small amount of activated clay, and to make a filtrate add and suspend a small amount of activated clay again.

In addition, in repeating a suspension and filtration as mentioned above, as long as it performs the last filtration using the above-mentioned membrane filter, it may perform intermediate filtration using another filter.

The value in the isopropyl alcohol of the bubble point to which it is specified JISK3832 performs a separation with an activated clay and the organic-solvent solution of CTM using the membrane filter of 90 or more (or the value in water 240 or more KPa) KPa in this invention.

**[0010]**

If the above-mentioned filter is used in this invention, it is unknown why CTM which has outstanding characteristics is obtained.

However, it is thought that it contributes that the solid impurities in a solution including an activated clay are removed to a limit.

That is, when it is filtration, solid substances, such as an activated clay, carry out the trace amount eye leakage of not having given CTM of the characteristics which the conventional active clay treatment should not necessarily satisfy, and it is considered to have obstructed that active clay treatment expressed an original effect.

On the other hand, since it will filter in this

おける値ならば90KPa以上、同じく水における値ならば240KPa以上という微細な孔径のメンブランフィルターで濾過を行うので固形物が極限まで除去され、活性白土処理に伴う固形物の悪影響を回避し得るものと考えられる。

**[0011]**

本発明の好ましい一態様では、上述の活性白土による処理に加えて活性炭による処理を行う。これにより更に優れた特性のCTMを得ることができる。活性炭による処理は、活性白土による処理の前後いずれで行ってもよく、また活性白土による処理と活性炭による処理とを反復してもよい。活性炭による処理も、CTMの有機溶媒溶液に活性炭を加え、20～60℃程度の温度で10分～2時間程度攪拌したのち濾過すればよい。この場合の濾過も、活性白土による処理の場合と同じく、JISK3832に規定されるバブルポイントのイソプロピルアルコールにおける値が90KPa以上又は水における値が240KPa以上のメンブランフィルターを用いて行う。すなわちCTMの有機溶媒溶液を活性炭と接触させたのち濾過して得られた濾液を活性白土処理に供したり、晶出処理に供する場合には、濾液中の活性炭は極微量まで除去されているのが好ましい。

invention by the membrane filter of the detailed hole diameter of 90 or more (they are 240 or more KPa if it is similarly a value in water) KPa if it is a value in the isopropyl alcohol of a bubble point, a solid substance is removed to a limit, it is thought that the bad influence of the solid substance accompanied to active clay treatment can be avoided.

**[0011]**

In addition to treatment by the above-mentioned activated clay, treatment by activated carbon is performed in one desirable aspect of this invention.

CTM of characteristics which was further excellent by this can be obtained.

Treatment by activated carbon may be performed by any before and after treatment by an activated clay, and treatment by an activated clay and treatment by activated carbon may be repeated.

What is sufficient is just to filter, after treatment by activated carbon also adds activated carbon to the organic-solvent solution of CTM and stirs it 10 minutes to 2 an about hour at the temperature of about 20 - 60 degrees C.

The value in the isopropyl alcohol of the bubble point similarly specified to JISK3832 as the case of treatment by an activated clay also performs the filtration in this case using the membrane filter of 90 or more (or the value in water 240 or more KPa) KPa.

That is, after contacting the organic-solvent solution of CTM with activated carbon, the filtrate filtered and obtained is used for to active clay treatment, when providing crystallization

本発明者らの知見によれば、活性白土と活性炭とはそれぞれ単独で用いるべきであり、両者を併用したのでは特性の優れたCTMは得られない。しかし活性炭処理－活性白土処理又は活性白土処理－活性炭処理と順次行くと、それぞれの処理だけでは得られない優れた特性のCTMが得られる。活性白土による処理を経たCTMの有機溶媒溶液からは、濃縮や貧溶媒の添加など、常用の適宜の手段でCTMを晶出させて分離する。

treatment, as for the activated carbon in a filtrate, removing to a trace is desirable.

According to the present inventors's findings, you should use an activated clay and activated carbon independently, respectively.

If both were used together, CTM which was excellent in characteristics is not obtained.

However, if it carries out to activated-carbon-treatment-active clay treatment or active clay-treatment-activated carbon treatment, and order, outstanding CTM of characteristics which is not obtained only by each treatment will be obtained.

From the organic-solvent solution of CTM which passed through treatment by an activated clay, with proper means in ordinary use, concentration, addition of a poor solvent, etc. crystallize CTM and are isolated.

**[0012]****【実施例】**

以下に実施例により本発明を更に具体的に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。

**実施例1**

1-ピレンカルボキシアルデヒドとN, N-ジフェニルヒドラジンとの縮合物である1-ピレンカルボキシアルデヒド-N, N-ジフェニルヒドラゾン粗製物100gを60℃のトルエン200mlに加えて溶解させた。この溶液に、下記の順序で活性炭による処理を2回と活性白土

**[0012]****[EXAMPLES]**

An Example still more specifically demonstrates this invention below.

However, this invention is not limited to the following Examples, unless the summary is exceeded.

**Example 1**

100g of 1-pyrene carboxy aldehyde -N,N-diphenyl hydrazone crude substances which are a condensate of 1-pyrene carboxy aldehyde and a N,N-diphenyl hydrazine was added to 60-degree C toluene 200 ml, and it was made to melt.

Treatment according to treatment by activated carbon to 2 times and an activated clay was

による処理を2回施した。活性炭による処理は市販の活性炭3gを添加して60℃で30分間攪拌することにより行い、活性白土による処理は市販の活性白土10gを添加して60℃で30分間攪拌することにより行った。

performed twice to this solution in the following order.

Treatment by activated carbon is performed by adding 3g of commercial activated carbon, and stirring for 30 minutes at 60 degrees C, treatment by an activated clay was performed by adding 10g of commercial activated clays, and stirring for 30 minutes at 60 degrees C.

**[0013]**

CTM溶液→活性炭による処理→濾過 (No. 1) →活性白土による処理→濾過 (No. 2) →活性炭による処理→濾過 (No. 3) →活性白土による処理→濾過 (No. 4) この処理を経た溶液にメタノールを加えて結晶を析出させ、これを濾過、乾燥して精製されたヒドラゾン化合物85gを得た。このヒドラゾン化合物70重量部と、下記の構造のポリカーボネート樹脂100重量部とを、テトラヒドロフラン900重量部に溶解させて電荷移動層用の塗布液を調製した。

**[0013]**

Treatment by the treatment -> filtration (No. 3) -> activated clay by the treatment -> filtration (No. 2) -> activated carbon by the treatment -> filtration (No. 1) -> activated clay by CTM solution -> activated carbon -> filtration (No. 4) Methanol is added to the solution which passed through this treatment, and crystallization is precipitated.

Hydrazone compound 85 g purified by filtering and drying this was obtained.

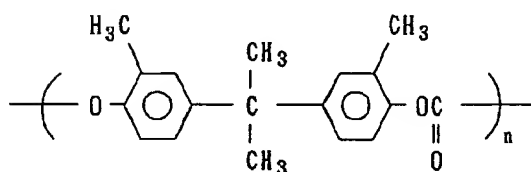
This hydrazone compound 70 weight parts and 100 weight-parts of polycarbonate resin of the following structure were melted in 900 weight-parts of tetrahydrofuran, and the applied liquid for charge transferring layers was prepared.

**[0014]**

**[0014]**

**[化1]**

**[FORMULA 1]**



## 【0015】

別に下記の構造のナフタル酸系ビスアゾ顔料1.0重量部と、ポリビニルブチラール(電気化学工業社製、ポリビニルブチラール#6000)0.5重量部とを、30重量部の4-メトキシ-4-メチルペンタノン-2(三菱化学社製)に加え、分散微粒化处理して電荷発生層用の顔料分散液を調製した。

## 【0015】

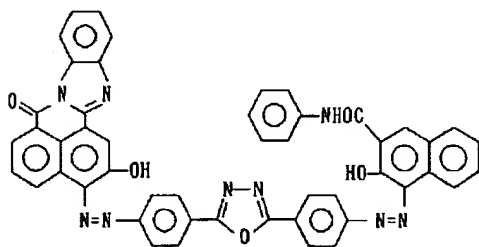
Independently, 1.0 weight-parts of naphthalic-acid group bisazo pigments of the following structure and 0.5 weight-parts (Denki-Kagaku-Kogyo company make, polyvinyl butyral #6000) of polyvinyl butyral were added to the 30-weight-part 4-methoxy-4-methyl pentanone -2 (made by Mitsubishi Chemical Corp.), dispersion particulation treatment was carried out, and the pigment dispersion for charge generating layers was prepared.

## 【0016】

## 【0016】

## 【化2】

## 【FORMULA 2】



## 【0017】

厚さ100  $\mu$ mのポリエステルフィルムにアルミニウムを蒸着したフィルムを基体とし、これに上記で調製した顔料分散液を乾燥後の顔

## 【0017】

Let the film which vapor-deposited aluminium to the polyester film with a thickness of 100 micrometer be a base, the pigment dispersion prepared above to this was applied so that the

料付着量が $0.21\text{g}/\text{m}^2$ となるように塗布して電荷発生層を形成した。この電荷発生層の上に上記で調製した電荷移動層用の塗布液を乾燥厚さが $17\mu\text{m}$ となるように塗布して感光層を形成した。このようにして製造した機能分離型の電子写真感光体について、その特性と濾過に用いた材料との関係を検討した。結果を表-1に示す。なお、半減露光量は、感光体を暗所で $-4.8\text{kV}$ のコロナ放電により帯電させ、次いで白色光で露光し、表面電位が $500\text{V}$ から $250\text{V}$ まで減衰するのに要する露光量を測定することにより求めた。

pigment adhesion amount of after drying might constitute  $0.21\text{ g}/\text{m}^2$ , and the charge generating layer was formed.

On this charge generating layer, the applied liquid for charge transferring layers prepared above was applied so that the dry thickness might be set to 17 micrometer, and the photosensitive layer was formed.

Thus, about the electrophotographic sensitive body of the manufactured functional discrete type, the relationship with the material used for the characteristics and filtration was considered.

A result is shown to Table -1.

In addition, a reduction-by-half exposure charges a light-sensitive body by a  $-4.8\text{kV}$  corona discharge in a dark place.

Subsequently, it exposed by white light and calculated by measuring the exposure taken for surface potential to attenuate from  $500\text{V}$  to  $250\text{V}$ .

[0018]

[0018]

【表1】

[TABLE 1]

表 - 1

	濾 過 材 料				電 子 写 真 感 光 体 の 物 性		
	No 1	No 2	No 3	No 4	コロナ放電直後の 初期電位 (V)	半減露光量 (lux · sec)	残留電位 (V)
1	A	A	A	A	820	0.62	3
2	B	B	B	B	821	0.88	32
3	B	B	B	A	809	0.79	24

Filtration material

The physical property of an electrophotographic sensitive body

The initial-stage electric potential (V) immediately after a corona discharge; Reduction-by-half exposure (Lux-sec); Residual

electric-potential (v)

**[0019]**

A: イソプロピルアルコールにおけるバブルポイントが91KPaであるメンブランフィルター(アドバンテック社製、T020A047A)

B: JIS P3801に規定の定量用濾紙5種C

表-1から明らかなように、微細沈殿濾過用の濾紙である5種Cの濾紙で濾過するよりも、イソプロピルアルコールにおけるバブルポイントが91KPaのメンブランフィルターで濾過したものの方が、性能の良い電子写真感光体を与える。また、最後の濾過だけを91KPaのメンブランフィルターで行うよりも、毎回の濾過をこのフィルターで行ったものの方が、性能の良い電子写真感光体を与える。

**[0019]**

A: The membrane filter whose bubble points in isopropyl alcohol are 91KPa(s) (the Advantech Co., Ltd. make, T020A047A)

B: Quantitative-filter-paper 5 sort C specified to JISP3801

Although the bubble point in isopropyl alcohol filtered by the membrane filter of 91KPa(s) rather than having filtered as evident from Table 1 through the filter paper of five sort C which is a filter paper for minuteness precipitation filtration, a direction gives a powerful electrophotographic sensitive body.

Moreover, although this filter performed filtration at each time rather than having performed only the last filtration by the membrane filter of 91KPa(s), a direction gives a powerful electrophotographic sensitive body.

**[0020]**

実施例2~6

実施例1の方法に準じて、下記の表-2のCTMの精製を行った。濾過は全てアドバンテック社製のT020A047Aを用いて行った。得られたCTMを用いて、実施例1と同様にして電子写真感光体を製造し、その特性を評価した。結果を表-2に示す。

**[0020]**

Example 2-6

CTM of the following table -2 was purified according to the method of Example 1.

Filtration was altogether performed using T020 A047A by Advantech Co., Ltd.

An electrophotographic sensitive body is manufactured like Example 1 using obtained CTM, the characteristics were evaluated.

A result is shown to Table -2.

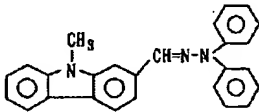
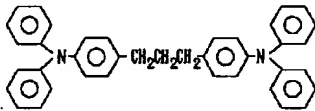
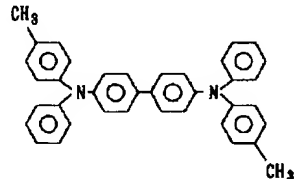
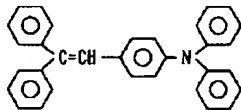
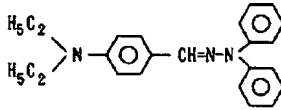
【0021】

【0021】

【表2】

[TABLE 2]

表 - 2

実施例	CTM	初期電位 (V)	半減露光量 (Lux · sec)	残留電位 (V)
2		7 1 3	1.2 2	6 3
3		7 0 9	0.9 1	3.2
4		7 1 2	0.8 9	2.8
5		7 1 8	1.1 1	5.2
6		7 4 8	1.2 4	6.6

Example

Initial-stage electric-potential (v); Reduction-by-half exposure  
(Lux-sec); Residual electric-potential (v)



## DERWENT TERMS AND CONDITIONS

*Derwent shall not in any circumstances be liable or responsible for the completeness or accuracy of any Derwent translation and will not be liable for any direct, indirect, consequential or economic loss or loss of profit resulting directly or indirectly from the use of any translation by any customer.*

Derwent Information Ltd. is part of The Thomson Corporation

Please visit our home page:

["WWW.DERWENT.CO.UK"](http://WWW.DERWENT.CO.UK) (English)

["WWW.DERWENT.CO.JP"](http://WWW.DERWENT.CO.JP) (Japanese)